

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
 ⑫ 公開特許公報 (A) 平4-9360

⑬ Int. Cl.⁵
 C 07 C 229/22
 A 01 N 37/44
 C 07 C 227/18

識別記号 庁内整理番号
 6742-4H
 8930-4H

⑭ 公開 平成4年(1992)1月14日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全9頁)

⑮ 発明の名称 5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩及びその製造方法並びにこれを有効成分とする除草剤

⑯ 特願 平2-287712

⑰ 出願 平2(1990)10月25日

優先権主張 ⑯ 平2(1990)4月11日 ⑮ 日本 (JP) ⑯ 特願 平2-95327

⑯ 発明者 竹矢 晴彦 埼玉県幸手市権現堂1134-2

⑯ 出願人 株式会社コスモ総合研究所 東京都港区芝浦1丁目1番1号

⑯ 出願人 コスモ石油株式会社 東京都港区芝浦1丁目1番1号

⑯ 代理人 弁理士 有賀 三幸 外2名

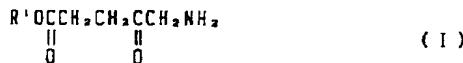
明細書

1. 発明の名称

5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩及びその製造方法並びにこれを有効成分とする除草剤

2. 特許請求の範囲

1. 一般式 (I)

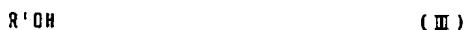


(式中、R'は炭素数2以上のアルキル基を示す)で表わされる5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩。

2. 一般式 (II)



(式中、R²は水素原子又はアミノ基の保護基を示す)で表わされる5-アミノレブリン酸又はその反応性誘導体に、式 (III)



(式中、R'は炭素数2以上のアルキル基を示す)で表わされるアルコールを反応させ、アミノ基の保護基が存在する場合にはこれを脱離せしめることを特徴とする請求項1記載の5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩の製造方法。

3. 請求項1記載の5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩を有効成分とする除草剤。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩及びその製造方法並びにこれらを有効成分とする除草剤に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

天然アミノ酸である5-アミノレブリン酸は、低毒性であり、かつ生物分解性の光要求型除草剤として作用することが開示されている(特表昭61-502814号)。すなわち、5-アミノレブリン酸はテトラビロールの前駆体であり、5-アミノレブリン酸を植物体に散布するとテトラビロールの生成が促進されるため、光の存在下においてこのテトラ

ビロールの触媒的的作用により活性酸素が発生し、植物体の葉部等を枯死させるものである。

また一般に、実用に供される除草剤は、散布によって植物体に付着し、該植物体そのものを死滅させることが必要条件とされている。しかしながら、5-アミノレブリン酸のような親水性の極めて高い化合物は、植物体への付着性が悪く、散布時にその大半が土壌中へ落下してしまうため、テトラビロールの生成にはあまり寄与することができず、その結果植物の葉部が白化、枯死した後にも葉部の再発生が見られる等、除草活性が低いという問題点を有し、実用上満足できるものではなかった。また、除草活性がその付着点の周辺のみに限定されるため、その散布むらが、直ちに再発生を起す原因ともなっていた。

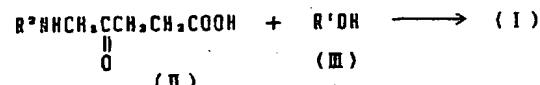
従って、本発明の目的は安全性、生物分解性、選択性を有しつつも、実用的な除草活性を有する新規化合物及びその製造方法並びにこれを用いた除草剤を提供することにある。

[課題を解決するための手段]

基、ウンデシル基、ドデシル基、ラウリル基、パルミチル基、ステアリル基等の直鎖アルキル基；イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、2-エチルヘキシル基、2-オクチルデシル基等の分岐鎖アルキル基が挙げられる。

また、その塩としては、塩酸、硫酸、硝酸、亜硝酸等の無機塩；磷酸、乳酸、クエン酸、脂肪酸等の有機酸の塩が挙げられる。

本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩はアミノ酸エステルの一般的な合成法により得ることができ、例えば下記反応式に従って製造することができる。

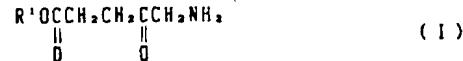


(式中、R¹は前記と同じ意味を有し、R²は水素原子又はアミノ基の保護基を示す)。

すなわち、アミノ基が保護されていてもよい5-アミノレブリン酸塩(II)又はその反応性誘導体にアルコール(III)を反応させ、アミノ基の保護

斯かる実情において、本発明者は脱島研究を行なった結果、5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩が、5-アミノレブリン酸には見られない、新たな除草活性及び植物体への侵入の優越性を有することを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は一般式(I)



(式中、R¹は炭素数2以上のアルキル基を示す)で表わされる5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩及びその製造方法、並びにこれらを有効成分とする除草剤を提供するものである。

本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステルにおいて、R¹は炭素数2以上のアルキル基であるが、除草剤として使用する場合は除草活性の面より、炭素数4~24のアルキル基、特に4~16のアルキル基が好ましい。具体例としては、エチル基、プロピル基、n-ブチル基、ベンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル

基が存在する場合にはこれを脱離せしめることにより、5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその塩(I)が製造される。

アミノ基が保護されていてもよい5-アミノレブリン酸の反応性誘導体としては、酸ハライド、混合酸無水物等が挙げられる。かかる反応性誘導体は、原料として単離したものを用いてもよいが、単離することなく反応混合液として用いることができる。

原料として未保護5-アミノレブリン酸を用いた場合の反応は、まずアルコール(III)に約0~20℃、常圧下で縮合剤、例えば塩化チオニルを滴下し、次いで5-アミノレブリン酸を加える。

ここで、塩化チオニルは、5-アミノレブリン酸を酸クロリドとするためのものであり、この目的からは塩化チオニルに代えて三塩化リン、五塩化リン、塩化ホスホリル、塩化オキザリル等も用いることができるが、これらはアルコール(III)や5-アミノレブリン酸のアミノ基とも容易に反応して失活するため、アミノ基を保護した5-アミノレ

プリン酸誘導体と反応させ酸クロリドを合成した後にアルコール(Ⅲ)と反応させるのが好ましい。

原料としては5-アミノレブリン酸そのものを用いることが可能であるが、エステル化よりも原料同士の直接反応が優先する可能性があり、これの防止のためには原料濃度を低濃度に保つ必要があるので、5-アミノレブリン酸塩酸塩等の塩を用いるのがより効果的である。また、ここで、反応温度が約0℃以下では原料のアルコール(Ⅲ)が固化する可能性があり、約20℃以上ではこの時点で塩化チオニル等が分解蒸発する可能性があるので上記の温度範囲を保つことが好ましい。また、用いることができるアルコール(Ⅲ)の具体例としては、1-ブタノール、1-ペンタノール、1-ヘキサノール、1-ヘプタノール、1-オクタノール、1-ノナノール、1-デカノール、1-ウンデカノール、1-ドデカノール、トリデカノール、テトラデカノール、ペンタデカノール、ヘキサデカノール等の直鎖状のアルキルアルコールをはじめ、これらの異性体である2-ブタノール、2-メチル-1-ブロバ

ノール、2-メチル-2-ブロバノール、2,2-ジメチル-1-ブロバノール等の分岐アルキルアルコールも用いることができる。

次いで、反応系及び原料のいずれもが水分を含まないようにするために密閉シール等の手段を施して、徐々に約60~90℃、好ましくは約70~80℃まで昇温させ、この温度範囲で約1~3時間保持し反応を完結させる。ここで反応温度が約60℃以下では反応完結に時間を要し、また、約90℃以上では反応系が着色してくる可能があるので、上記の温度範囲を保つことが好ましい。

反応終了後、約10~30mmHgの減圧下において、反応副生物である二酸化イオウ、塩化水銀、及び未反応の塩化チオニル等を留去する。次いで、アルコール層よりも極性が低い溶媒、例えばエーテル、ヘキサン又はクロロホルム等の溶媒を加えて結晶化させ、検別することにより本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステルの塩を得ることができる。

更に、これを陰イオン交換樹脂を用いたイオン

交換等を行なうことにより、本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステル又はその他の塩とすることができる。

上記方法は反応工程が少ない点で良好な方法であるが、炭素数約10以上のアルキル基やtert-ブチル基のような3級アルキル基をエステルとして導入する際にはアルコールの反応活性が低くスムーズに反応が進まない場合があり、かかる場合においては、あらかじめ5-アミノレブリン酸又はその塩のアミノ基を適当な保護基を用いて保護した後にエステル化を行ない、その後当該保護基の脱離を行なう方がより収率が高く好ましい。

この方法におけるアミノ基の保護基(R²)としては、通常のペプチド合成の際に用いられるアミノ基の保護基が用いられ、例えばアセチル、ベンゾイル、tert-ブトキシカルボニル、ベンジルオキシカルボニル等のカルボニル化合物が使用でき、特に脱離の容易さにおいてベンジルオキシカルボニル基が好ましい。

原料となるアミノ基が保護された5-アミノレブ

リン酸を合成するには、例えば5-アミノレブリン酸又はその塩を炭酸水銀ナトリウム、炭酸水銀カリウム等の弱塩基と共に水溶液となし、密温で搅拌下において、ベンジルオキシカルボニルクロリドのごとき活性カルボニル化合物のエーテル溶液を加えて反応させるのが好ましい。

ここで溶媒としては水に不溶で、かつ、ベンジルオキシカルボニルクロリド等のカルボニル化合物と反応しないものであればよく、エーテルの他n-ヘキサン、ベンゼン等も使用可能である。

反応終了後は、エーテル層を除き、水層をエーテル等で洗浄した後、約1~6Nの塩酸を用いて約pH1~3程度の酸性とし、酢酸エチル、クロロホルム、ジクロロメタン等を用いて生成物を抽出する。抽出した有機層は、無水硫酸ナトリウム、無水硫酸マグネシウム等を用いて乾燥した後、溶媒を減圧下蒸発乾固すれば、以下のエステル化反応には十分の純度を有するアミノ基が保護された5-アミノレブリン酸、例えば5-ベンジルオキシカルボキサミドレブリン酸が得られる。

再られたアミノ基が保護された5-アミノレブリ
ン酸、例えば5-ベンジルオキシカルボキサミドレ
ブリン酸は、ベンゼン、トルエン、四塩化炭素等
の水と共溶する性質を有する溶媒中、エステル原
料たるアルコール(Ⅲ)及びリン酸、硫酸等の不
揮発性の酸触媒と共に加熱蒸流を行ない、Dean-
Stark 罐¹やモレキュラーシーブにより生成水を
分離すれば容易にエステルへと導くことができる。

反応に用いた罐¹の酸触媒は反応液の水洗によ
り除去し、前述と同様の乾燥を行なった後、減圧
下蒸発乾固することによりアミノ基が保護された
5-アミノレブリノ酸のエステル、例えば5-ベンジ
ルオキシカルボキサミドレブリノ酸アルキルエス
テルが得られる。また、生成物は、n-ヘキサン、
イソオクタン等を用いて再結晶を行なうことによ
り純度できる。

5-ベンジルオキシカルボキサミドレブリノ酸アル
キルエステルの保護基の脱離は、通常の加水分
解反応、例えば炭酸にバラジウムを担持した触
媒を罐¹存在させ、メタノール、エタノール、ブ

ロバノール、酢酸エチル等の溶媒中、1気圧の水
素雰囲気下又は水素気流中室温で反応させること
により達成することができる。

反応生成物は上述により触媒を除いた後、減圧
下で蒸発乾固することにより目的とする5-アミノ
レブリノ酸アルキルエステルが得られる。また、
反応を塩化水素等の酸共存下で行なうか、反応後
酸を加えて蒸発乾固すれば生成物は5-アミノレブ
リノ酸アルキルエステル塩等の塩として得られ
る。

本発明の5-アミノレブリノ酸アルキルエステル
及びその塩は、水溶液にした場合では、優れた展
着性を有するために、植物表面に散布した際に表
面に均一に広がる特徴を有している。これは、
本発明の5-アミノレブリノ酸アルキルエステル及
びその塩が、分子内に親水性部分であるアミノ基
と疎水性部分であるアルキル基をその両端に有す
ることから、界面活性作用を示すためと推定され
る。

従来、5-アミノレブリノ酸等のアミノ酸のよう

な高い水溶性を示して植物への付着性に乏しい化
合物を除草剤として使用する場合は、脂肪族4級
アンモニウム塩やポリオキシエチレンアルキルエ
ーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエ
ーテル等のような展着剤を加え、2次的に植物へ
の付着を図っているが、本発明の5-アミノレブリ
ノ酸アルキルエステル及びその塩は、自ら植物表
面に直接付着する性質を有するので展着剤は特に
必要とせず、より効率的である。

更に、本発明の5-アミノレブリノ酸アルキルエ
ステル及びその塩は、除草活性面においても5-ア
ミノレブリノ酸よりも格段に優れている。すなわ
ち、5-アミノレブリノ酸の除草効果は、散布面に
限定された白化、枯死より2次的に植物体の死滅
を生じさせるものであるが、本発明の5-アミノレ
ブリノ酸アルキルエステル及びその塩は、散布部
の他、散布されていない穿孔等にも枯死をもたら
すので、現実的には散布にむらがあった場合にも
再発生の防止効果を有するものである。これは、
5-アミノレブリノ酸アルキルエステル及びその塩

が散布部分表面に効率的に付着するので、付着部
分で吸収され、植物体内で移動するためではない
かと推測される。

本発明の5-アミノレブリノ酸アルキルエステル
及びその塩を除草剤として用いる場合、その剤型
は溶液、懸濁液または乳化液の形態の散布液と
して使用するのが好ましい。この際の溶剤としては、
例えば水、メタノール、イソプロバノール、イソ
ブタノールなどの低級アルコール、エチレン、又
はプロピレングリコール、アセトン、キシレン、
ケロシン、ベンゼン、メチルナフタリン、シクロ
ヘキサン等が挙げられる。当該散布液中の5-アミ
ノレブリノ酸アルキルエステル及びその塩の含有
量は約5~30mmol/l、特に15~25mmol/lとする
のが好ましい結果を与える。

更にまた、本発明の除草剤は、5-アミノレブリ
ノ酸アルキルエステル又はその塩を粗々の粒度の
タルク、ケイソウ土、シリカ、硝酸カルシウムな
どの増量剤に混合吸着させて水和剤形態とし、使
用時これを水に懸濁して散布することもできる。

本発明の除草剤の散布量は1平方メートル当たり約30~50mL程度とするのが好ましい。

尚本発明除草剤には、本発明の効果を損わない範囲で、他の除草剤、界面活性剤、展着剤を併用することもできる。

[発明の効果]

本発明の新規な5-アミノレブリン酸アルキルエステル及びその塩は、植物体への展着性が良好であると同時に、除草活性が付着層のみに限定されず、散布部以外の芽部等にも枯死をもたらすものであり、除草活性が非常に高いものである。

また、従来の5-アミノレブリン酸の有する生物分解性、選択性を兼ねそなえ、本発明の化合物のエステル結合が加水分解して生じる2次生成物は5-アミノレブリン酸及びアルコール類のみであるため、安全性の点でも5-アミノレブリン酸に劣るものではない。更に、本発明化合物は簡便な手段で製造することができ、炭素数が約10以上のアルキル基であってもエステルとして効率的に導入することができることから、工業的に有利に製造す

ることができる。

[実施例]

次に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

実施例1

3mLの1-オクタノールに氷冷下で0.5mLの塩化チオニルを滴下し、次いで5-アミノレブリン酸塩酸塩500mgを加えた。搅拌を行ないながら、反応温度を室温から80℃まで昇温させ約2時間保持した。反応の完結を確認した後、室温まで放冷し、次いで10mmHgの減圧下で揮発成分を留去した。その後ヘキサンを加えて生成物を結晶化、析出させ、次いで過濾、洗浄、乾燥した結果、5-アミノレブリン酸オクチルエステル塩酸塩が826mg得られ、収率は99%であった。

得られた生成物は¹H-NMR及び赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法)の結果から下記の構造式であることが確認された。測定値と構造式を下記に示す。

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃) δ (ppm) :

0.87(t, 3H, CH₃)
1.00-1.75(b, 12H, -(CH₂)₇-)
4.05(t, 2H, COOCH₂)
2.45-3.05(m, 4H, COCH₂CH₂CO)
4.30(b, 2H, COCH₂N)
8.28(b, 3H, NH, C⁻)

赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

1730 (>C=O)
2860 (-CH₂-)
2950 (-CH₂-)
3250 (NH₂)

構造式



得られた生成物は、¹H-NMR及び赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法)の結果から下記の構造式であることが確認された。

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃) δ (ppm) :

0.90(t, 3H, CH₃)
1.10-1.80(b, 4H, -(CH₂)₇-)
2.45-3.12(m, 4H, COCH₂CH₂CO)
4.05(t, 2H, COOCH₂)
4.30(b, 2H, COCH₂N)
8.25(b, 3H, NH, C⁻)

赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

1730 (>C=O)
2850 (-CH₂-)
2920 (-CH₂-)
3250 (NH₂)

構造式



(2) 次に、(1)で得られた5-アミノレブリン酸アルキルエステル塩酸塩をイオン交換することより

5-アミノレブリン酸アルキルエステルを得た。

すなわち、陰イオン交換樹脂を内径10mmのガラスカラムに高さ約20cmにつめ、1N水酸化ナトリウム水溶液を約100ml程度流し、完全にOH型とし、次いでイオン交換水により水酸化ナトリウムを完全に排除した後、約10mlのイオン交換水に溶解した5-アミノレブリン酸ヘキシルエステル塩酸塩400mgをカラム上部に入れ、イオン交換水を加えながら約10分間かけてカラムを通過させた。5-アミノレブリン酸ヘキシルエステル塩酸塩は、カラム通過中にイオン交換され、5-アミノレブリン酸ヘキシルエステル水溶液が得られ、次いで減圧下でこれを濃縮、乾固し、339mgの5-アミノレブリン酸ヘキシルエステルを得た。

実施例3

原料を1-オクタノールに代えて、1-ヘプタノールを用いた以外は実施例1と同様に実施した結果、5-アミノレブリン酸ヘプチルエステル塩酸塩665mgが得られ、収率は83%であった。

得られた生成物は¹H-NMR及び赤外線吸収スペク

トル(ヌジョール法)の結果から下記の構造式であることが確認された。

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃) δ (ppm) :

0.88(t, 3H, CH₃)

1.10-2.85(b, 10H, -(CH₂)₇-)

2.43-3.15(b, 4H, COCH₂CH₂CO)

4.05(t, 3H, COOCH₃)

4.07-4.70(b, 2H, COCH₂N)

7.70-8.90(b, 3H, NH, C=O)

赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

1730 (>C=O)

2850 (-CH₂-)

2920 (-CH₂-)

3250 (-NH₂)

構造式



実施例4

原料を1-オクタノールに代えて、1-ノナノールを用いた以外は実施例1と同様に実施した結果、5-アミノレブリン酸ノニルエステル塩酸塩647mgが得られ、収率は74%であった。

得られた生成物は¹H-NMR及び赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法)の結果から下記の構造式であることが確認された。

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃) δ (ppm) :

0.89(t, 3H, CH₃)

1.05-1.80(b, 14H, -(CH₂)₈-)

2.45-3.10(b, 4H, COCH₂CH₂CO)

4.05(t, 2H, COOCH₃)

4.05-4.80(b, 2H, COCH₂N)

7.90-8.75(b, 2H, NH, C=O)

赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

1730 (>C=O)

2850 (-CH₂-)

2930 (-CH₂-)

3250 (NH₂)

構造式



実施例5

原料を1-オクタノールに代えて、1-デカノールを用いた他は実施例1と同様に実施した結果、5-アミノレブリン酸デシルエステル塩酸塩642mgが得られ、収率は70%であった。

得られた生成物は¹H-NMR及び赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法)の結果から下記の構造式であることが確認された。

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃) δ (ppm) :

0.90(t, 3H, CH₃)

1.00-1.95(b, 16H, -(CH₂)₉-)

2.35-3.10(b, 4H, COCH₂CH₂CO)

4.05(t, 2H, COOCH₃)

4.05-4.59(b, 2H, COCH₂N)

7.99-8.85(b, 2H, NH, C=O)

赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

1730 (>C=O)

1730 (>C=O)

構造式



実施例 7

1-ドデカノールに代えて1-ヘキサデカノールを用いた以外、実施例6と同様の操作を行い、5-ペニジルオキシカルボキサミドレブリン酸ヘキサデシルエステル 481.7mg、次いでこのうち 400mg を用いて5-アミノレブリン酸ヘキサデシルエステル塩酸塩 297.1mg が得られ、収率はそれぞれ 87% および 92% であった。

それぞれの生成物は、¹H-NMR 及び赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法)の結果から下記の構造であることが確認された。

5-ペニジルオキシカルボキサミドレブリン酸ヘキサデシルエステル

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃/DMSO-d) δ (ppm) :

0.87 (t, 3H, CH₃)

1.27 (s, 28H, -(CH₂)₁₄-)

2.69 (s, 4H, -CO-CH₂-CH₂-CO-)3.90-4.22 (m, 4H, -N-CH₂-, COO-CH₂-)5.12 (s, 2H, Ph-CH₂-)

5.25-5.65 (b, 1H, NH)

7.36 (s, 3H, Ph)

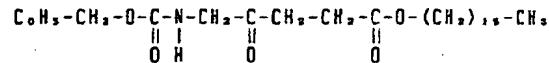
赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)

3310 (NH)

1725 (C=O)

1685 (C=O)

構造式



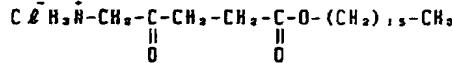
5-アミノレブリン酸ヘキサデシルエステル塩酸塩

¹H-NMR(90MHz, CDCl₃/DMSO-d) δ (ppm) :
0.88 (b, 3H, -CH₃)1.29 (s, 28H, -(CH₂)₁₄-)2.50-2.90 (m, 4H, -CO-CH₂-CH₂-CO)3.80-4.15 (m, 4H, -CO-O-CH₂-, N-CH₂-CO-)8.30-8.70 (b, 3H, NH₂CH₂)赤外線吸収スペクトル(ヌジョール法, cm⁻¹)3250 (-NH₂CH₂)

1750 (C=O)

1730 (C=O)

構造式



試験例 1

実施例1で得られた5-アミノレブリン酸オクチルエステル塩酸塩を蒸留水に溶解して30mmol/l とし、これを種々の植物に対して50mL/m²で散布して4日後の効果を評価した。その結果を表-1に示す。

表-1からわかるように5-アミノレブリン酸オクチルエステル塩酸塩の除草活性は双子葉類に高選択性である。

また、実施例2～5で得られた5-アミノレブリン酸アルキルエステル塩酸塩及び実施例2で得られた5-アミノレブリン酸ヘキサデシルエステルも同様な除草活性を示した。

表-1

枯死するもの	効果のないもの
キュウリ	稻
トマト	小麦
コマツナ	トウモロコシ
ニンジン	
ダイコン	

試験例 2

実施例4で得られた5-アミノレブリン酸ノニルエステル塩酸塩の30mmol/l 水溶液と、市販の5-アミノレブリン酸塩酸塩の30mmol/l 水溶液、及び市販の5-アミノレブリン酸塩酸塩の30mmol/l 水溶液に市販の展着剤を1%混合したものをそれぞれキュウリの幼草に対し、本葉上面に1回ずつ液を用いて散布した後、1日後の該葉面の変色を評価した結果を表-2に示す。

表-2からわかるように、5-アミノレブリン酸ノニルエステル塩酸塩は従来の展着剤を添加した除草剤と比しても、優れた除草活性を有している。

表-2

試 料	葉面の変色した 率(面積)
5-アミノレブリン酸ノニル エステル塩酸塩	9.5%
5-アミノレブリン酸塩酸塩	6.0%
5-アミノレブリン酸塩酸塩 及び展着剤	8.0%

試験例3

実施例1～7で得られた5-アミノレブリン酸アルキルエステル塩酸塩の30mmol/lの水溶液と、市販の5-アミノレブリン酸塩酸塩の30mmol/lの水溶液に市販展着剤を1%混合したものとを、それぞれキュウリの幼草の本葉一枚の半分につき繊で塗布し、以後の経過と30日後の再生状態を評価した結果を表-3に示す。

表-3の結果より本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステル塩酸塩は、5-アミノレブリン酸塩酸塩に比べやや効果性ではあるが植物体の芽部への効果を有し、また、再成長、再発生の抑制効果も有していることがわかる。

以上、各実施例、試験例が示すように本発明の5-アミノレブリン酸アルキルエステル及びその塩は除草剤成分としてきわめて有用なものである。また、界面活性剤としても用いることができるものである。

以上

出願人 株式会社コスモ総合研究所

出願人 コスモ石油株式会社

代理人 弁理士 有賀三幸



代理人 高野登志雄



代理人 中島俊夫



試 料	評価日	1日後	3日後	10日後	30日後
		芽部枯死	芽部葉変色	芽部枯死	芽部葉変色
オクチルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
ヘキシルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
ヘプチルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
ノニルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
デシルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
(1) ドデシルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
ヘキサデシルエステル	塗布葉変色	芽部葉変色	芽部枯死	成長停止	成長停止
5-アミノレブリン酸	塗布面枯死	塗布面枯死	再生再成長	再生再成長	再生再成長